



**Departamento de Tecnologías del Medio Ambiente**

**MANUAL DE LABORATORIO  
DE LA ASIGNATURA TECNOLOGÍA  
AMBIENTAL**

**Grado en Ingeniería en Tecnologías Industriales**

## Práctica 1

### ADSORCIÓN

#### 1. INTRODUCCIÓN

Operación unitaria química regida por la transferencia de materia. Consiste en la eliminación de algún componente orgánico de una fase fluida mediante un sólido que lo retiene. El fluido puede ser un líquido o un gas. La adsorción es un fenómeno de superficie. En la superficie del sólido se dan interacciones que hacen que las moléculas del fluido queden retenidas.

Cuando se trata de potabilizar aguas superficiales con fuerte contaminación inicial, se recurre cada vez con mayor frecuencia a la adsorción a través de carbón activo. La experiencia demuestra que el carbón activo es un adsorbente de amplio espectro y sus aplicaciones son numerosas: eliminación de compuestos orgánicos (compuestos que producen olor y sabor, compuestos de origen agrícola, subproductos de la desinfección), eliminación de compuestos inorgánicos (elementos traza) y eliminación de cloro en exceso.

Otros adsorbentes que se utilizan a gran escala son gel de sílice, alúmina activada, tierra de Fuller y otras arcillas.

Para que el proceso de adsorción sea efectivo, es fundamental que el adsorbente posea una superficie específica elevada (en el caso de la tierra de Fuller ronda los 200 m<sup>2</sup>/g y en el carbón activo puede llegar a ser de hasta 1.500 m<sup>2</sup>/g). Además, el tiempo de contacto entre las fases sólida y líquida debe ser suficiente para que los compuestos queden retenidos.

Tiempo de agotamiento de un adsorbente. A medida que aumenta la cantidad de productos adsorbidos en el sólido, disminuye la superficie disponible y el rendimiento del carbón activo se hace menor. Cuando se produce el agotamiento del adsorbente es necesario llevar a cabo su regeneración térmica o con vapor.

Conociendo algunas características del sistema de adsorción y del adsorbente utilizado, es posible calcular el tiempo de agotamiento a partir de la siguiente expresión:

$$t_b = \frac{\left(\frac{x}{m}\right)_r \cdot M_c}{Q \cdot \left(C_i - \frac{C_b}{2}\right)}$$

donde:

$(x/m)_r$  = capacidad de adsorción real (g/g)

$M_c$  = masa de adsorbente contenido en la columna (g)

$Q$  = caudal (L/h)

$C_i$  = concentración de contaminante a la entrada de la columna (g/L)

$C_b$  = concentración de contaminante al producirse el agotamiento (g/L)

$t_b$  = tiempo hasta el agotamiento (h)

El valor de  $(x/m)_r$  es aproximadamente un 50% de la capacidad de adsorción teórica determinada mediante el uso de isothermas de adsorción.

## 2. MATERIAL

- Columnas de adsorción
- Cronómetro
- Probeta de 50 mL
- Tubos para toma de muestras
- Espectrofotómetro



## 3. PROCEDIMIENTO

### CÁLCULO DEL TIEMPO DE AGOTAMIENTO DEL ADSORBENTE

- 3.1 Adicionar lentamente el agua problema (disolución de azul de metileno) por la parte superior de la columna hasta llegar a la marca superior
- 3.2 Abrir parcialmente la válvula de salida y medir el caudal de filtración por el método absoluto (aproximadamente 15 mL/min).
- 3.3 Tomar muestras de efluente cada 5 minutos durante los 15 primeros minutos. Posteriormente se tomarán cada 15 minutos.
- 3.4 Medir la absorbancia a 630 nm de las muestras y del agua problema (concentración inicial de azul de metileno)

## 4. TRATAMIENTO DE DATOS Y EXPRESIÓN DE RESULTADOS

- A) Realizar las mediciones necesarias para calcular el volumen de lecho adsorbente.
- B) Utilizar la recta patrón para calcular la concentración de azul de metileno.
- C) Representar gráficamente la concentración de azul de metileno frente al tiempo. Comentar la evolución observada.
- D) Determinar el tiempo en el que será necesario llevar a cabo la regeneración de los adsorbentes de las columnas.

## 5. TABLAS DE RESULTADOS Y DATOS NECESARIOS

Columna	Tiempo en llenar 50 mL (s)	Caudal (L/h)
1		
2		

ABSORBANCIA		
Tiempo (min)	Columna 1	Columna 2
t=0 Concentración inicial de azul de metileno		
t=5		
t=10		
t=15		

### Datos necesarios

Sepiolita (tierra adsorbente):  $x/m=0,18$

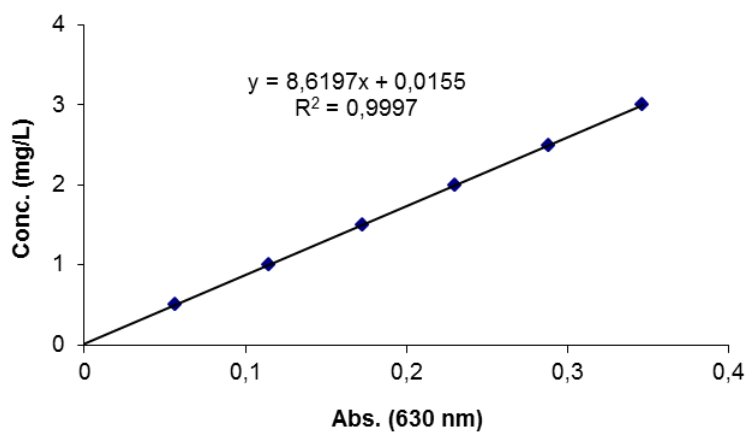
Carbón activo granulado:  $x/m=0,4$

Masa columna 1: 85 g sepiolita + 78 g carbón activo

Masa columna 2: 156 g carbón activo

Volumen columnas 1 y 2: 200 mL

### Recta Patrón AM



## **Práctica 2**

### **COAGULACIÓN FLOCULACIÓN**

#### **1. INTRODUCCIÓN**

El afino de sólidos en suspensión consiste en la eliminación parcial de los sólidos en suspensión presentes en un agua, sean de componente biológica, orgánica o inorgánica. Para la eliminación de los sólidos en suspensión se recurre a diversas técnicas, englobadas en el tratamiento físico-químico, debido a la naturaleza de los procesos involucrados. Estas técnicas pueden ser: coagulación, floculación, precipitación, filtración, etc.

Consiste en eliminar (separar del agua) la materia coloidal y emulsionada (partículas submicroscópicas cargadas eléctricamente) que no se puede eliminar mediante operaciones físicas ya que se repelen y en consecuencia no se pueden concentrar en forma de fangos o espumas.

Consta de tres operaciones:

**COAGULACIÓN:** Proceso químico. La reacción química tiene lugar por la adición de determinados compuestos a una dispersión coloidal, produciendo una desestabilización de las partículas coloidales, mediante la neutralización de las cargas eléctricas, así como la formación de un flóculo de barrido. Durante este proceso se forman ácidos por lo que previamente hay que añadir un álcali para que no se acidifique el medio.

**FLOCULACIÓN:** Proceso físico. Consiste en la formación de partículas fácilmente sedimentables a partir de las partículas desestabilizadas de tamaño submicroscópico por agrupamiento entre ellas y formación de otras de mayor tamaño.

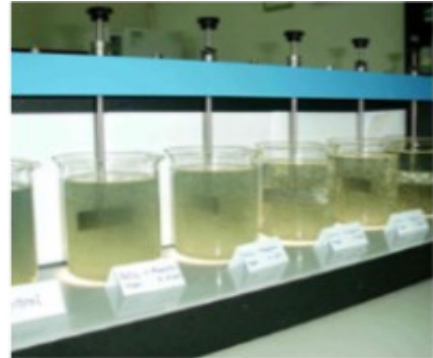
**SEDIMENTACIÓN:** Proceso físico. En el proceso de coagulación-floculación, no tiene lugar separación alguna de contaminantes, sino una adecuación de determinadas partículas para que puedan ser separadas fácilmente a través de decantación o de flotación posterior.

El objetivo de esta práctica es obtener los óptimos de concentración de coagulante, floculante, combinación coagulante-floculante que consigue eliminar las partículas en suspensión y por lo tanto la turbidez.

## 2. MATERIAL

### MATERIAL DE LABORATORIO

- ◆ Equipo de Jar – Test
- ◆ pHmetro
- ◆ Pipetas
- ◆ Probeta graduada de 500 mL
- ◆ Espectrofotómetro



### REACTIVOS NECESARIOS

- ◆ Agente coagulante:  $\text{FeCl}_3$ .
- ◆ Floculante líquido comercial CTX
- ◆ Disolución concentrada de  $\text{NaOH}$

## 3. PROCEDIMIENTO

### • Búsqueda del óptimo de coagulante

- ◆ Tomar seis vasos de precipitado y añadir a cada uno de ellos medio litro de agua residual (uno de ellos se utilizará como blanco).
- ◆ Añadir volúmenes crecientes de  $\text{FeCl}_3$  (10 g/L) de modo que las respectivas concentraciones sean: 0 mg/L (blanco), 25 mg/L, 50 mg/L, 100 mg/L, 200 mg/L y 400 mg/L.
- ◆ El pH de la muestra de agua residual es aproximadamente 7, sin embargo, la máxima eficacia del coagulante se alcanza con pH cercano a 10. Por ello, con objeto de elevar el pH se añade sosa concentrada.
- ◆ Introducir los vasos en el equipo de Jar Test y agitar durante 5 minutos al máximo de revoluciones.
- ◆ Dejar decantar durante treinta minutos.
- ◆ Transcurrido este tiempo, anotar el volumen sedimentado en los vasos, tomar muestras del sobrenadante y medir la turbidez a través de la lectura de la absorbancia en el espectrofotómetro y la recta de calibrado facilitada.
- ◆ Determinar el óptimo de coagulante.

### • Búsqueda del óptimo de floculante

- ◆ Tomar seis vasos de precipitado y añadir a cada uno de ellos medio litro de agua residual (uno de ellos se utilizará como blanco).
- ◆ Añadir volúmenes crecientes del floculante comercial: 0 (blanco), 1, 2, 4, 8, 16 mL.
- ◆ Introducir los vasos en el equipo de Jar Test y agitar durante 5 minutos a aproximadamente 35-40 r.p.m.
- ◆ Dejar decantar durante treinta minutos.

- ♦ Transcurrido este tiempo, anotar el volumen sedimentado en los vasos, tomar muestras del sobrenadante y medir la turbidez a través de la lectura del espectrofotómetro.
- ♦ Determinar el óptimo.

• **Búsqueda del óptimo de coagulación-floculación**

- ♦ Tomar seis vasos de precipitado y añadir a cada uno de ellos un litro de agua residual (uno de ellos se utilizará como blanco).
- ♦ Añadir el óptimo de coagulante obtenido en la etapa primera y la sosa concentrada.
- ♦ Introducir los vasos en el equipo de Jar Test y agitar durante 5 minutos al máximo de revoluciones.
- ♦ Inmediatamente añadir volúmenes crecientes del floculante comercial: 0 (blanco), 1, 2, 4, 8, 16 mL.
- ♦ Dejar decantar durante treinta minutos.
- ♦ Transcurrido este tiempo, anotar el volumen sedimentado en los vasos, tomar muestras del sobrenadante y medir la turbidez a través de la lectura de la absorbancia en el espectrofotómetro y la recta de calibrado facilitada.

$$\text{Turbidez (UNT)} = 79,70 \times \text{Abs}_{400 \text{ nm}} \quad R^2 = 0,999$$

- ♦ Determinar el óptimo de coagulación-floculación.

**4. TRATAMIENTO DE DATOS Y EXPRESIÓN DE RESULTADOS**

- a) Determinar la concentración óptima de coagulante y floculante, teniendo en cuenta que hay que hacer un balance entre:
- ✓ Clarificación del agua (mínima turbidez).
  - ✓ Consumo de reactivos.
  - ✓ Menor producción de fangos.

Búsqueda del óptimo de coagulante			Búsqueda del óptimo de floculante.		
<i>Concent.</i>	Turbidez	Vol. Sedim.	<i>Volumen</i>	Turbidez	Vol. Sedim.

Búsqueda del óptimo de coagulación-floculación		
<i>Volumen</i>	Turbidez	Vol. Sedim.

## **Práctica 3**

### **SEDIMENTACIÓN**

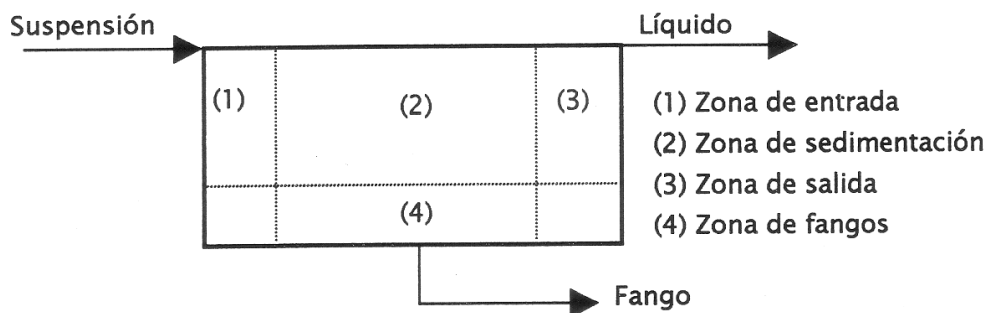
#### **1. OBJETIVO**

El objeto de esta práctica es la determinación de los parámetros de diseño de un tanque de sedimentación total, a partir de los datos experimentales obtenidos en el laboratorio en un sedimentador discontinuo. Concretamente se pretende calcular el área mínima de la sección horizontal que debería tener la zona de sedimentación, para que la separación de un sólido (Carbonato Cálcico) fuera total. Se aplicará para ello el método de "Talmadge y Fitch".

#### **2. ORIENTACIÓN TEÓRICA**

La sedimentación es una operación unitaria consistente en la separación, por acción de la gravedad, de las fases sólidas y líquidas de una suspensión diluida, para obtener una suspensión concentrada y un líquido claro. Dicha operación tiene gran importancia en los procesos de depuración de aguas residuales con sólidos adsorbentes.

El modelo de tanque de sedimentación ideal comprende cuatro zonas (Figura 1): zona de entrada, donde se remansa la suspensión que entra, zona de sedimentación, donde, como su nombre indica, sedimentan las partículas, la zona de salida, previa a la salida del líquido clarificado, y la zona de fangos, con dispositivos adecuados para la eliminación de los mismos.



**Figura 1.** Zonas de un tanque de sedimentación ideal.

Las hipótesis propias del modelo son las siguientes:

1. Las partículas están distribuidas uniformemente en la sección transversal que separa la zona de entrada y la de sedimentación.
2. Las partículas una vez alcanzan el fondo de la zona de sedimentación pueden considerarse eliminadas.
3. Las partículas que sedimentan alcanzan su velocidad límite tan rápidamente que en cualquier punto de la zona de sedimentación su velocidad de descenso vertical es esta última, entendiéndose por velocidad límite, la máxima velocidad alcanzada por las partículas.

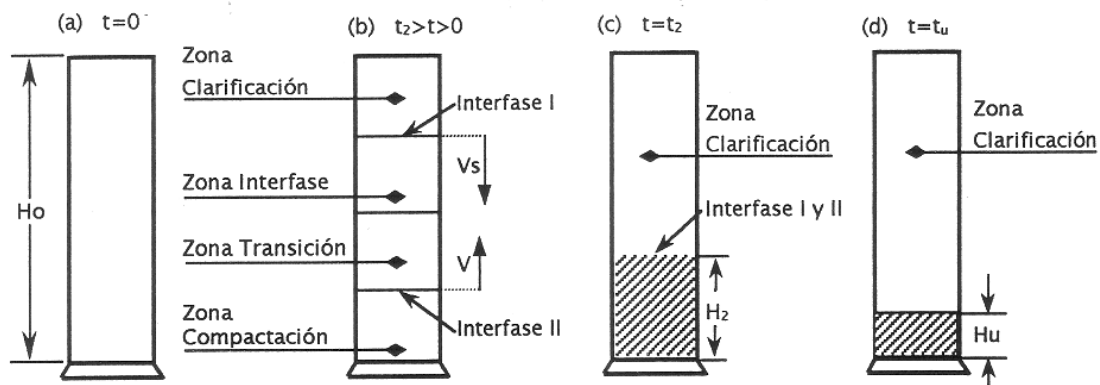
El estudio de la sedimentación de una masa de partículas en suspensión, de cara al diseño de un dispositivo que permita efectuar adecuadamente tal operación, se basa en los ensayos



específicos con probetas de sedimentación en el laboratorio. Este tipo de sedimentación se denomina *Sedimentación por Zonas*.

En el Instante inicial,  $t_0$ , de la decantación, la suspensión es teóricamente homogénea y de la misma concentración,  $C_0$ , en profundidad. Existe una interzona de separación entre el líquido clarificado (*zona de clarificación*) y una *zona de suspensión uniforme o zona de interfase* con velocidad de sedimentación función de la concentración. Posteriormente se forman dos nuevas zonas:

1. una *zona de transición*, T, situada inmediatamente debajo de la zona de suspensión uniforme, en la que las velocidades de sedimentación experimentan una reducción a consecuencia de la creciente concentración de la suspensión.
2. una *zona de compresión o compactación* D, situada debajo de la zona de transición, en la que las partículas entran en contacto físico con las situadas debajo de ellas.



**Figura 2.** Evolución de las interfases con el tiempo.

El área superficial de diseño, requerida para un tanque de sedimentación continuo, se puede determinar, aplicando diversos métodos, a partir de los ensayos de decantación discontinuo, que dan la información presentada en la Figura 2. Entre todos estos métodos aplicaremos es de Talmadge y Fitch.

### 3. MÉTODO DE TALMADGE Y FITCH

Como se ha comentado en el objetivo de la práctica nuestro propósito es determinar el área mínima requerida, para el espesamiento de un sólido, de un decantador. Este método consta de ocho puntos:

1. Se determina la pendiente de la parte de la curva de la región superior, zona de sedimentación impedida,  $V_0$ . Esta es la velocidad de sedimentación requerida para la clarificación (velocidad límite  $V_s$ ).
2. La concentración crítica que controla la capacidad de manipulación del fango en un tanque tiene lugar a una altura  $H$  con una concentración  $C$ : **Punto 1**. Dicho punto puede determinarse prolongando las tangentes a las regiones de compresión y sedimentación de la curva hasta el punto de intersección y bisecando el ángulo formado como se indica en la Figura 3.

3. Se traza la tangente a la curva por el **Punto 1**.
4. Conocida la concentración inicial  $C_0$  y la altura inicial  $H_0$  se determina la altura de la interfase  $H_2$  para una concentración deseada del fango  $C_2$ , mediante la ecuación 1:

$$H_2 * C_2 = H_0 * C_0$$

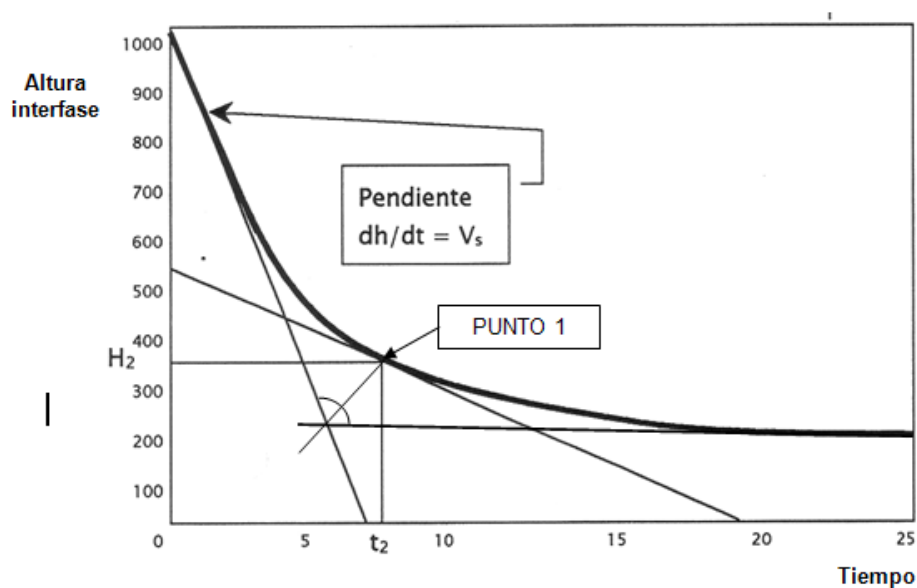
5. La línea horizontal desde  $H_2$  intercepta la tangente de la curva y define  $t_2$ . Este es el tiempo requerido para alcanzar la concentración deseada  $C_2$ .
6. Se determina el área requerida para la clarificación  $A_c$  mediante la ecuación 2:

$$A_{clarificación} (m^2) = \left[ \frac{Q \left( \frac{m^3}{s} \right)}{V_{lim} \left( \frac{m}{s} \right)} \right]$$

7. Se determina el área requerida para el espesamiento  $A_E$  mediante la ecuación 3:

$$A_{Espesamiento} = \left[ \frac{Q \left( \frac{m^3}{s} \right) \cdot t_{min. espesamiento} (s)}{H_0 (m)} \right]$$

8. Se compara el área del espesador ( $A_t$ ) con el área necesaria para la clarificación ( $A_c$ ) y la mayor de ambas es el valor que controla el proceso.



**Figura 3.** Método gráfico de Talmadge y Fitch.

#### 4. MATERIALES

- 1 Vaso de precipitado de 1000 mL
- 1 Probeta de 500 mL
- 1 Granatario
- 1 Cronómetro
- 1 Agitador magnético
- 1 Cuchara
- 1 Espátula
- Carbonato Cálcico
- Azul de Metileno

#### 5. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

##### 1.- Preparar una suspensión de carbonato cálcico.

1.1) Preparar aproximadamente 450 mL de una disolución de azul de metileno. Para ello se toma un vaso de precipitados y se añade una cantidad muy pequeña de azul de metileno (la puntita de una espátula) y el agua.

1.2) Pesar 10 gramos de carbonato cálcico y añadirlos sobre la disolución de azul de metileno.

##### 2.- Verter la disolución en la probeta donde se va a realizar la experimentación, enrasándola hasta 500 mL.

##### 3.- Agitar la probeta hasta conseguir homogeneizar toda la suspensión.

##### 4.- Medir las variaciones de altura de la interfase, líquido claro-suspensión, con el tiempo.

Se deberán tomar medidas a intervalos pequeños de tiempo (30 segundos) para un tiempo mínimo de 20 minutos. Seguidamente repetir la experimentación con suspensiones de carbonato cálcico de 30 y 50g.

#### 6.- RESULTADOS EXPERIMENTALES

Concentración $\text{CaCO}_3 = 10 \text{ gr. CaCO}_3/500 \text{ mL} = 0,02 \text{ gr/mL}$			
	Ensayo 1	Ensayo 2	
t (s)	H (cm)	H (cm)	C <sub>MEDIA</sub> (gr/mL)
30			
60			
90			

Concentración $\text{CaCO}_3 = 30 \text{ gr. CaCO}_3/500 \text{ mL} =$ $0,06 \text{ gr/mL}$			
	Ensayo 1	Ensayo 2	
<b>t (s)</b>	<b>H (cm)</b>	<b>H (cm)</b>	<b>C<sub>MEDIA</sub> (gr/mL)</b>
30			
60			
90			
Concentración $\text{CaCO}_3 = 50 \text{ gr. CaCO}_3/500 \text{ mL} =$ $0,1 \text{ gr/mL}$			
	Ensayo 1	Ensayo 2	
<b>t (s)</b>	<b>H (cm)</b>	<b>H (cm)</b>	<b>C<sub>MEDIA</sub> (gr/mL)</b>
30			
60			
90			

1. C<sub>MEDIA</sub> se determina, para cada tiempo, como la media de las concentraciones para los ensayos 1 y 2.
2. Las concentraciones de Carbonato, en un tiempo dado, para cada ensayo se determinan aplicando la ecuación 4:

$$C_i \left( \frac{\text{g}}{\text{mL}} \right) = \frac{C_0 * H_0}{H_i}$$